

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ АЦИЛИРОВАНИЯ

АМИНОЭТОКСИПОЛИХЛОРБИФЕНИЛОВ

Нигматуллина Е.О.⁽¹⁾, Первова М.Г.⁽²⁾, Горбунова Т.И.⁽²⁾,

Салотин В.И.⁽²⁾

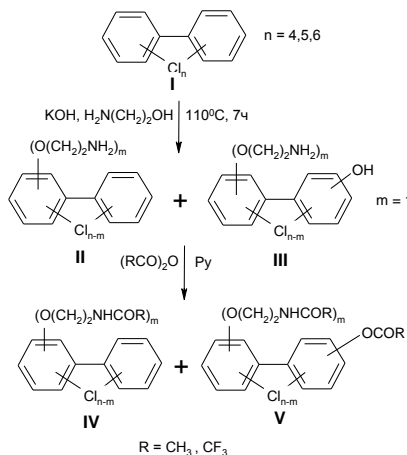
⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт органического синтеза УрО РАН

620137, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, д. 22

Химическая трансформация техногенных полихлорбифенилов (ПХБ) является одним из способов их обезвреживания. При взаимодействии ПХБ (**I**) с 2-аминоэтанолом в присутствии гидроксида калия образуются аминоэтокси- (**II**) и гидроксиминоэтоксиполихлорбифенилы (**III**), которые можно в дальнейшем подвергать биологической деструкции. Установлено, что при хромато-масс-спектрометрическом (ГХ-МС) исследовании производных **II** и **III** в их масс-спектрах не регистрируются молекулярные ионы и для подтверждения образования этих производных проведено их ацилирование уксусным и трифторуксусным ангидридом.



При анализе ГХ/МС реакционных смесей показано, что при взаимодействии производных **II** и **III** образуются соответствующие ацилированные продукты **IV** и **V**. В работе использовали газовый хроматограф/масс-спектрометр Trace GC Ultra DSQ II с кварцевой капиллярной колонкой Termo TR-5ms, масс-спектры регистрировали в режиме электронной ионизации (70 эВ).

При ацилировании производных **II** и **III** уксусным ангидридом в масс-спектрах продуктов **IV** и **V** отсутствуют пики молекулярных ионов. Максимальными по массе с интенсивностью до 1 % регистрируются пики ионов соответствующих гидроксиполи-хлорбифенилов с m/z 272 $[\text{C}_{12}\text{H}_6\text{Cl}_3\text{OH}]^+$, с m/z 306 $[\text{C}_{12}\text{H}_5\text{Cl}_4\text{OH}]^+$, с m/z 340 $[\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_5\text{OH}]^+$ или

с m/z 288 $[\text{C}_{12}\text{H}_5\text{Cl}_3(\text{OH})_2]^+$ и m/z 322 $[\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_4(\text{OH})_2]^+$, образующиеся при отрыве $\text{CH}_2=\text{CHNHCOCCH}_3$ -группы в случае продуктов **IV** и групп $(\text{CH}_2=\text{CHNHCOCCH}_3)$ и (COCCH_3) в случае продуктов **V**. Базовым пиком является пик иона с m/z 86 $[\text{C}_2\text{H}_3\text{NHCOCCH}_3]^+$, а большой интенсивностью (40-50 %) обладает пик иона с m/z 44 $[\text{HCOCH}_3]^+$.

При ацилировании производных **II** и **III** трифторуксусным ангидридом в масс-спектрах продуктов **IV** и **V** имеются пики молекулярных ионов с интенсивностью 0.4 - 1.4 %. Базовым является пик иона с m/z 140 $[\text{C}_2\text{H}_3\text{NHCOCF}_3]^+$, а вторым по интенсивности (30-60 %) является пик иона с m/z 69 $[\text{CF}_3]^+$. При фрагментации молекулярного иона продуктов **IV** первоначально происходит отрыв $\text{CH}_2=\text{CHNHCOCF}_3$ -группы, а в случае продуктов **V** происходит последовательный уход $\text{CH}_2=\text{CHNHCOCF}_3$ -группы, а затем SOCF_3 -группы, в результате чего возникают характеристичные ионы соответствующих гидроксиполихлорифенилов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Уральского отделения РАН (проект № 12-М-34-2036).

СОРБЦИОННОЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ИОНОВ ПЛАТИНЫ (II, IV) В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА (III) НА РЯДЕ ИОНИТОВ МАРКИ СУББЕР ИЗ ХЛОРИДНЫХ И СУЛЬФАТНО-ХЛОРИДНЫХ СРЕД

Дуба Е.В., Кононова О.Н.

Сибирский федеральный университет
660041, г. Красноярск, пр. Свободный, д. 79

В настоящее время актуальной проблемой является извлечение ионов Pt (II, IV) и Fe (III) на различных сорбентах, чему и посвящено настоящее исследование. Проведен поиск ионитов, проявляющих высокую селективность к извлечению Pt (II, IV) и Fe (III) при совместном присутствии из следующих ионитов марки СУББЕР: AX400, ALX220, CRX100, CRX300, CRX210, EV023.

Сорбцию осуществляли в статических условиях из растворов H_2PtCl_6 и $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ с концентрациями по платине 0,25 ммоль/л и Fe^{3+} 0,05 – 0,89 ммоль/л, кислотностью по HCl 0,001 и 2,0 моль/л и HCl/H₂SO₄ 0,01 и 2,0. Соотношение твердой и жидкой фаз составляло 1:100, время установления равновесия 24 ч. Исходная форма анионитов – хлоридная, хелатных ионитов – натриевая и протонная. Определение Fe (III) в равновесных растворах осуществляли фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой, определение Pt (II,IV) – с хлоридом